

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
2. Februar 2006 (02.02.2006)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2006/010717 A2

(51) Internationale Patentklassifikation:
C08L 67/00 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/053416

(22) Internationales Anmeldedatum:
15. Juli 2005 (15.07.2005)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2004 035 835.4 23. Juli 2004 (23.07.2004) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): **DEGUSSA AG** [DE/DE]; Bennigsenplatz 1, 40474
Düsseldorf (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **WURSCHE, Roland** [DE/DE]; Spiekerhof 20, 48249 Dülmen (DE).
LOHKÄMPER, Hans-Günter [DE/DE]; Im Winkel
13, 45721 Haltern am See (DE). **LORENZ, Frank**
[DE/DE]; Kardinal-von-Galen-Strasse 4, 59399 Olfen
(DE). **RICHTER, Alexander** [DE/DE]; Haltener Strasse
68, 45657 Recklinghausen (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: **DEGUSSA AG**; Intellectual
Property Management, Patente + Marken, Bau 1042 - PB
15, 45764 Marl (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES,
FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,
KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA,
MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ,
OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC,
VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,
NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG,
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu ver-
öffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: DIRECTLY METALLIZIABLE POLYESTER MOULDING MATERIAL

(54) Bezeichnung: DIREKT METALLISIERBARE POLYESTERFORMMASSE

(57) Abstract: The invention relates to a moulding material containing the following components: I. 50 to 99.98 weight parts of thermoplastic polyester, II. 0.02 to 5 weight parts of a copolymer containing polysiloxane blocks and polyester blocks, III. 0 to 49.98 weight parts of additional additives selected from other polymers, filling materials and pigments, anti-static agents, reinforcement materials and stabilisers. The total of all of the weight parts is equal to 100. Said moulding material is used in the production of metallized moulding parts.

(57) Zusammenfassung: Eine Formmasse, die folgende Komponenten enthält: I. 50 bis 99,98 Gew.-Teile thermoplastischer Polyester, II. 0,02 bis 5 Gew.-Teile eines Copolymeren, das Polysiloxanblöcke und Polyesterblöcke enthält, III. 0 bis 49,98 Gew.-Teile weiterer Zusätze, ausgewählt aus weiteren Polymeren, Füllstoffen und Pigmenten, Antistatika, Verstärkungsstoffen und Stabilisatoren, wobei die Summe aller Gewichtsteile 100 ergibt, wird zur Herstellung metallisierter Formteile eingesetzt.



WO 2006/010717 A2

Direkt metallisierbare Polyesterformmasse

Gegenstand der Erfindung ist eine Polyesterformmasse, die Formteile mit guter Entformbarkeit und Metallisierbarkeit ergibt.

5

Die direkte Metallisierung von Komponenten des Scheinwerfergehäuses im Automobilbereich, beispielsweise Rahmen, Reflektoren oder Zierringe, oder auch Teile anderer reflektierender Leuchten, z. B. Blinker, gewinnt zunehmend an Bedeutung, da auf diese Weise eine deutliche Ersparnis bei den Produktionskosten erreicht werden kann. Dies rührt davon her, dass ein
10 ansonsten nötiger Zwischenschritt zur Lackierung des Bauteils vor der Metallisierung unterbleiben kann. Dadurch werden nicht nur Materialkosten herabgesetzt und die Durchlaufzeit des Bauteils reduziert, sondern es wird auch eine mögliche Fehlerquelle in der Prozesskette beseitigt. Auf der anderen Seite muss als Voraussetzung die Bauteiloberfläche selbst hohen Ansprüchen hinsichtlich Oberflächenqualität genügen, da wegen der fehlenden
15 Lackierung keine Abmilderung von Defekten mehr geschehen kann. Aus diesem Grunde sind insbesondere unverstärkte Formmassen geeignet, die jedoch wiederum eine hohe Wärmeformbeständigkeit bei hohen Betriebstemperaturen gewährleisten müssen. Polyesterformmassen, beispielsweise auf Basis von Polybutylenterephthalat (PBT), sind hierfür im Prinzip geeignet.

20

Bei derartigen Formmassen ist wichtig, dass enthaltene Zusätze bei hohen Temperaturen nicht durch die metallische Schicht migrieren können, was während der Gebrauchsdauer zu einer Entwicklung von Trübungen, Wolkenbildung oder Regenbogen-Effekten führen würde. In den beiden ersten Fällen handelt es sich um oftmals weißliche Ablagerungen, die zu einer
25 Abminderung der Menge des reflektierten Lichts führen und insofern die Funktion des Bauteils beeinträchtigen. Im letzten Fall handelt es sich um einen unerwünschten Farbeffekt unter einem Beobachtungswinkel von 10° bis 90°, der auf einer wellenlängenabhängig unterschiedlichen Lichtbrechung beruht. Durch Sublimation migrierender Substanzen kann es auch zur nachteiligen Ausbildung von Ablagerungen im gesamten Inneren eines Scheinwerfers kommen.
30 Insbesondere wird ein Entformungshilfsmittel benötigt, das nicht zur Ausbildung derartiger Fehler führt.

In der EP 1 298 172 A1 wird vorgeschlagen, in metallisierbaren PBT-Formmassen polymere Entformungshilfsmittel einzusetzen, die aus olefinischen Bausteinen aufgebaut sind. Als besonders geeignet werden dort Zusammensetzungen beschrieben, in denen das polymere Entformungshilfsmittel aus Polyethylen besteht. Eine zufriedenstellende Balance der erforderlichen Formmasseneigenschaften kann auf diese Weise jedoch nicht erhalten werden. Die Wirkung eines Entformungshilfsmittels beruht darauf, dass es an der Trennlinie zwischen Formmasse und Spritzgusswerkzeug in effizienter Konzentration vorliegt und die Haftung zwischen Material und Werkzeugwand herabsetzt; im optimalen Fall wird ein geschlossener Film realisiert. Bei geringer Konzentration des Polyolefins ist die Oberfläche nicht homogen bedeckt und es werden nach der Metallisierung störende Strukturen auf der Oberfläche sichtbar; daneben ist die Entformbarkeit ungenügend. Bei höheren Konzentrationen, die einen geschlossenen Film ergeben, und damit einhergehend bei guter Entformbarkeit führt die Unverträglichkeit mit dem Matrixmaterial dazu, dass dieser Film schlecht an der Polyesterformmasse haftet und sich so im technischen Betrieb Verschmutzungen in der Spritzgussform bilden, die aufgrund des Reinigungsaufwandes unerwünscht sind. Darüber hinaus wird die Haftung der Metallisierung am Bauteil negativ beeinflusst.

Die WO 02/92688 beschreibt für diesen Anwendungszweck den Zusatz eines Polysiloxans. Hier treten jedoch die gleichen Probleme wie beim Einsatz von Polyethylen auf. Ähnliche Systeme werden in der JP-A 11061382 und der JP-A 11241006 beschrieben; dort wird einem Blend aus Polyester und Polycarbonat ein modifiziertes Silikonöl zugesetzt, das funktionelle Gruppen wie z. B. Epoxygruppen enthält, mit denen eine Anbindung an die Polymermatrix beabsichtigt wird. Erfahrungsgemäß findet eine derartige Reaktion mit den wenigen Polyesterendgruppen jedoch stets nur unvollständig statt, so dass erhebliche Konzentrationen an niedermolekularen Verbindungen vorliegen, die bei hohen Gebrauchstemperaturen zu Ausgasungen mit den oben beschriebenen Nachteilen führen.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand darin, eine direkt metallisierbare Polyesterformmasse mit guter Haftung der Metallisierung am Formteil zu entwickeln, wobei die Entformbarkeit sowie die Oberflächenqualität der Metallisierung optimiert werden sollten. Dies sollte unter Vermeidung von Abscheidungen in der Spritzgussform erzielt werden.

Die Aufgabe wird durch die Verwendung einer Formmasse zur Herstellung metallisierbarer Formteile gelöst, die folgende Komponenten enthält:

- I. 50 bis 99,98 Gew.-Teile, bevorzugt 80 bis 99,9 Gew.-Teile und besonders bevorzugt 90 bis 99,8 Gew.-Teile thermoplastischer Polyester,
 - II. 0,02 bis 5 Gew.-Teile, bevorzugt 0,1 bis 3 Gew.-Teile und besonders bevorzugt 0,2 bis 2,5 Gew.-Teile eines Copolymeren, das Polysiloxanblöcke und Polyesterblöcke, bevorzugt Polysiloxanblöcke und Polylactonblöcke enthält,
 - III. 0 bis 49,98 Gew.-Teile, bevorzugt 0,1 bis 20 Gew.-Teile und besonders bevorzugt 0,3 bis 10 Gew.-Teile weiterer Zusätze, ausgewählt aus weiteren Polymeren, Füllstoffen und Pigmenten, Antistatika, Verstärkungsstoffen und Stabilisatoren,
- wobei die Summe aller Gewichtsteile 100 ergibt.

Thermoplastische Polyester werden durch Polykondensation von Diolen mit Dicarbonsäuren bzw. deren polyesterbildenden Derivaten wie Dimethylestern hergestellt. Geeignete Diole haben die Formel HO-R-OH, wobei R einen divalenten, verzweigten oder unverzweigten aliphatischen und/oder cycloaliphatischen Rest mit 2 bis 40, vorzugsweise 2 bis 12, C-Atomen darstellt. Geeignete Dicarbonsäuren haben die Formel HOOC-R'-COOH, wobei R' einen divalenten aromatischen Rest mit 6 bis 20, vorzugsweise 6 bis 12, C-Atomen bedeutet.

Als Beispiel für Diole seien Ethylenglykol, Trimethylenglykol, Tetramethylenglykol, 2-Butendiol-1.4, Hexamethylenglykol, Neopentylglykol, Cyclohexandimethanol sowie das C₃₆-Diol Dimerdiol genannt. Die Diole können alleine oder als Diolgemisch eingesetzt werden.

Als aromatische Dicarbonsäuren kommen z. B. Terephthalsäure, Isophthalsäure, 1.4-, 1.5-, 2.6- bzw. 2.7-Naphthalindicarbonsäure, Diphensäure und Diphenylether-4.4'-dicarbonsäure infrage. Bis zu 30 Mol-% dieser Dicarbonsäuren können durch aliphatische oder cycloaliphatische Dicarbonsäuren mit 3 bis 50 C-Atomen und bevorzugt mit 6 bis 40 C-Atomen wie z. B. Bernsteinsäure, Adipinsäure, Sebacinsäure, Dodecandisäure oder Cyclohexan-1.4-dicarbonsäure ersetzt sein.

Darüber hinaus kann der thermoplastische Polyester der erfindungsgemäßen Formmasse hergestellt werden, indem zyklische Oligomere des Polyesters in einer entropiegetriebenen oder katalysierten Ringöffnungspolymerisation in linearen Polyester umgewandelt werden. Dies kann beispielsweise im Spritzgusswerkzeug in Form eines RIM-Prozesses geschehen. Vorteil dieser Vorgehensweise ist, dass der Polyester in seiner niedermolekularen Form eine sehr gute Fließfähigkeit hat, was bei komplexen Bauteilen, aber auch bei hoch gefüllten Formmassen von Vorteil sein kann. In der EP-A-0 699 701 und der US 5 231 161 sind zwei Herstellungsmethoden der Makrozyklen beschrieben, während die EP-A-0 725 098, die EP-A-0 749 999 und die US 5 039 783 die Polymerisation der Makrozyklen zu hochmolekularem Polyester offenbaren.

Beispiele für geeignete Polyester sind Polyethylterephthalat, Polypropylterephthalat, Polybutylterephthalat, Polyethylen-2.6-naphthalat, Polypropylen-2.6-naphthalat und Polybutylen-2.6-naphthalat. Selbstverständlich können auch Gemische verschiedener Polyester eingesetzt werden.

Die Herstellung dieser Polyester gehört zum Stand der Technik (DE-OSS 24 07 155, 24 07 156; Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, 4. Aufl., Bd. 19, Seiten 65 ff., Verlag Chemie, Weinheim, 1980).

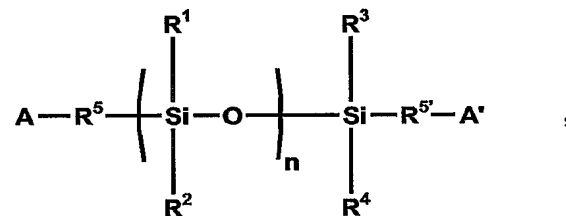
Der Polyester kann bei Bedarf, dem Stand der Technik entsprechend, in einem Inertgasstrom oder im Vakuum in fester Phase nachkondensiert werden, in der Regel bei einer Maximaltemperatur von 5 K und bevorzugt von 10 K unterhalb des Kristallitschmelzpunkts über einen Zeitraum von 2 Stunden bis 3 Tagen.

Der eingesetzte Polyester bzw. das gegebenenfalls eingesetzte Polyestergemisch besitzt in der Regel eine Lösungsviskosität J, gemessen nach DIN 53728/ISO 1628-Teil 5 in einer 0,5 gew.-%igen Phenol/o-Dichlorbenzollösung (Gewichtsverhältnis 1 : 1) bei 25 °C, von mindestens 80 cm³/g, bevorzugt von mindestens 90 cm³/g und besonders bevorzugt von mindestens 100 cm³/g.

Das Copolymere, das Polysiloxanblöcke und Polyesterblöcke enthält, wirkt als Entformungshilfsmittel. Die Polyesterblöcke bestehen beispielsweise aus Polyethylenterephthalat, Polypropylenterephthalat, Polybutylenterephthalat, Polyethylen-2.6-naphthalat, Polypropylen-2.6-naphthalat, Polybutylen-2.6-naphthalat oder einem Polylacton wie z. B.

5 Polycaprolacton.

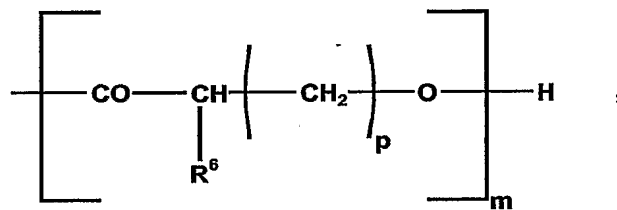
Das Polysiloxanblöcke und Polylactonblöcke enthaltende Copolymer hat üblicherweise die Formel



10

wobei n eine ganze Zahl von 1 bis etwa 200 und bevorzugt von 10 bis etwa 150 ist; R^1 , R^2 , R^3 und R^4 sind, unabhängig voneinander, ein linearer oder verzweigter Alkylrest mit 1 bis 6 C-Atomen;

15 A und A' sind, unabhängig voneinander, Einheiten der Formel



wobei p eine ganze Zahl von 0 bis 6 ist; m ist eine ganze Zahl von 1 bis etwa 250 und
20 bevorzugt von 10 bis etwa 200;

R^6 ist Wasserstoff oder eine lineare oder verzweigte Alkylgruppe mit 1 bis 6 C-Atomen;

R^5 ist ausgewählt aus $-(CH_2)_q-O-$, $-(CH_2)_q-NH-$,

$-(CH_2)_t-O-(CH_2CH_2O)_v-CH_2CH_2O-$ und
 $-(CH_2)_t-O-(CH_2CH_2O)_v-CH_2CH_2NH-$,

$R^{5'}$ ist ausgewählt aus $-O-(CH_2)_q-$, $-NH-(CH_2)_q-$,
 5 $-OCH_2CH_2-(OCH_2CH_2)_v-O-(CH_2)_t-$ und
 $-HNCH_2CH_2-(OCH_2CH_2)_v-O-(CH_2)_t-$,

hierbei ist q eine ganze Zahl von 1 bis 20,
 t eine ganze Zahl von 1 bis 6 und
 10 v eine ganze Zahl von 1 bis 100, vorzugsweise von 2 bis 40.

Entsprechende Blockcopolymere sind aus der WO86/04072 bekannt; sie sind beispielsweise unter dem Handelsnamen Tegomer® H-Si6440 (Goldschmidt AG, Essen) handelsüblich. Weiterhin sind auch die aus der EP 1 211 277 A2 bekannten Copolymere geeignet, die Polysiloxanblöcke, Polyesterblöcke und Polyolefinblöcke enthalten.

15 Generell enthält das Copolymere der Komponente II 1 – 99 Gew.-%, bevorzugt 5 – 95 Gew.-%, besonders bevorzugt 10 – 90 Gew.-% und insbesondere bevorzugt 15 – 85 Gew.-% Polyesterblöcke sowie 1 – 99 Gew.-%, bevorzugt 5 – 95 Gew.-%, besonders bevorzugt 10 – 90 Gew.-% und insbesondere bevorzugt 15 – 85 Gew.-% Polysiloxanblöcke.

20 Die unter der Komponente III zusammengefassten Zusätze sind bei Polyesterformmassen Stand der Technik; sie werden im Folgenden kurz erläutert.

Weitere Polymere sind beispielsweise für Polyester übliche Schlagzähmodifikatoren, etwa
 25 Ethylen/ α -Olefin-Copolymere (insbesondere EPM und EPDM) oder Styrol-Ethylen/Butylen-Blockcopolymere (insbesondere SEBS), wobei in allen diesen Fällen der Schlagzähmodifikator zusätzlich funktionelle Gruppen wie z. B. Säureanhydrid trägt, oder auch α -Olefin/Acrylester-Terpolymere mit einem olefinisch ungesättigten Säureanhydrid, Glycidylacrylat oder Glycidylmethacrylat als Terkomponente, daneben auch andere Polymere wie beispielsweise
 30 Polycarbonate, (Meth)Acrylat-Homo- und Copolymere, Styrol-Acrylnitril-Copolymere, Acrylnitril-Butadien-Styrol-Copolymere (ABS) oder verzweigte Polymere wie verzweigte

Polyester oder Polyamin-Polyamid-Pfropfcopolymere (EP 1 217 039 A2) zur Verbesserung der Fließeigenschaften;

Füllstoffe und Pigmente sind beispielsweise Ruß, Titandioxid, Eisenoxid, Glaskugeln, Hohlglaskugeln, Talkum, Zinksulfid, Silikate oder Carbonate, wobei die Füllstoffe auch
5 nanoskalig sein können;

Verstärkungsstoffe sind beispielsweise Glasfasern, Kohlefasern, Aramidfasern oder Whiskers; Stabilisatoren sind beispielsweise Antioxidantien, UV-Stabilisatoren oder Hydrolyse-stabilisatoren;

Antistatika sind beispielsweise quartäre Ammoniumverbindungen.

10

Daneben kann die Formmasse optional weitere übliche Bestandteile enthalten, sofern der erfindungsgemäße Effekt hierbei im Wesentlichen erhalten bleibt, beispielsweise Flammenschutzmittel, falls dies in einem speziellen Anwendungsfall erforderlich ist.

- 15 Die Formmasse wird aus den einzelnen Komponenten mittels konventioneller Methoden hergestellt, üblicherweise durch Schmelzemischen in einem knetenden Aggregat. Sie kann mit Hilfe üblicher Techniken wie Spritzgießen oder Extrudieren zu Formteilen verarbeitet werden. Diese Formteile können nach allen bekannten Methoden direkt metallisiert werden, sowohl nasschemisch als auch durch Vakuumabscheidung, beispielsweise über Aufdampfen,
20 Kathodenzerstäubung (Sputtern) oder Plasma-CVD-Verfahren. Eventuell wird die Polymeroberfläche vor der Metallisierung mit dem Fachmann bekannten Techniken vorbehandelt, wie beispielsweise der Vakuum-Beglimmung. Im allgemeinen werden als Metall Chrom, Nickel oder insbesondere Aluminium aufgetragen, daneben sogenannte Edelmetalle wie beispielsweise Palladium. Die derart erhaltene Metallschicht kann anschließend mit einer
25 zusätzlichen Schicht zur Erhöhung der Kratzfestigkeit versehen werden, etwa durch Lackierung oder Vakuumdepositionsverfahren, die sich beispielsweise siliciumhaltiger Verbindungen bedienen.

- Das Formteil kann auf diese Weise entweder auf seiner gesamten Oberfläche oder auch nur auf
30 einem unter Umständen geringeren Teil seiner Oberfläche metallisiert sein. „Metallisiert“ im Sinne der Ansprüche bedeutet demnach auch „partiell metallisiert“.

Die erfindungsgemäßen metallisierten Formteile zeichnen sich durch eine gleichmäßig spiegelnde und fest haftende Metallschicht aus; eine Migration von Bestandteilen, die zu Trübungen, Wolkenbildung oder Regenbogeneffekten führt, findet auch während des langfristigen Gebrauchs bei hohen Temperaturen nicht statt.

5

Erfindungsgemäße metallisierte Formteile sind beispielsweise Teile von Beleuchtungskörpern oder Signallampen jeglicher Art oder Zierelemente. Im einzelnen können es insbesondere Scheinwerferrahmen und -reflektoren sein, Zierelemente als Teil eines Scheinwerferrahmens, beispielsweise Zierringe oder Blenden innerhalb von Scheinwerferrahmen, des weiteren
10 Rahmen und Reflektoren von Blinkern oder Rückleuchten, bzw. dort eingesetzte Zierelemente. Neben einer Anwendung im Automobil kann eine generelle Verwendung dieser Formmassen zur Herstellung von Rahmen und Reflektoren von Beleuchtungskörpern oder Signallampen erfolgen, sei es im stationären Betrieb oder in anderen Fortbewegungsmitteln. Daneben ist ein vorteilhafter Einsatz möglich bei Spiegeln und Reflektoren in optischen Apparaturen oder
15 Messgeräten oder Einrichtungen zur Übermittlung von optischen Signalen.

Die Erfindung wird im Folgenden beispielhaft erläutert.

In den Beispielen werden folgende Einsatzstoffe verwendet:

20

Polyester A: Ein Polybutylenterephthalat mit einer Lösungsviskosität J von 110 ml/ g gemäß ISO 1628-5. Der Polyester A wird in einem zweistufigen Verfahren hergestellt. Zunächst wird durch Schmelzepolykondensation ein Präpolymer mit einer Lösungsviskosität J von 80 ml/ g erzeugt. Danach wird eine Festphasennachkondensation vorgenommen, um den endgültigen
25 Viskositätswert einzustellen.

Polyester B: Ein Polybutylenterephthalat mit einer Lösungsviskosität J von 150 ml/ g gemäß ISO 1628-5. Der Polyester B wird in einem zweistufigen Verfahren hergestellt. Zunächst wird durch Schmelzepolykondensation ein Präpolymer mit einer Lösungsviskosität J von 105 ml/ g
30 erzeugt. Danach wird eine Festphasennachkondensation vorgenommen, um den endgültigen Viskositätswert einzustellen.

Sabic LD 2308AN00: Ein Polyethylen niedriger Dichte (PE-LD) der Fa. Sabic (früherer Handelsname: Stamylan LD)

Elvaloy 2715 AC: Ein Copolymer aus Ethen und Ethylacrylat mit einem Gehalt von 15 % Ethylacrylat der Fa. DuPont

Tegomer H-Si 6440: Ein Blockcopolymer bestehend aus Polycaprolacton und Polydimethylsiloxan der Fa. Degussa

Tegomer PP-Si 401: Ein Blockcopolymer bestehend aus Polypropylen, Polydimethylsiloxan und Polycaprolacton der Fa. Degussa

Herstellung der Compounds

Die Herstellung der Compounds erfolgte auf einer Werner & Pleiderer ZSK 30 mit einer Zylindertemperatur von 250 °C bei 250 U/ min. Der Durchsatz lag bei 12 kg/ h.

Herstellung der Spritzgussplatten

Die Herstellung von Spritzgussplatten der Abmessungen 150 x 105 x 2 mm erfolgte auf einer Engel ES 600/150 bei einer Masstemperatur von 260 °C und einer Werkzeugtemperatur von 80 °C.

Metallisierung

Die Spritzgussplatten wurden nach dem Sputterverfahren mit einer Anlage Dynamet 4V der Fa. Leybold metallisiert. Die Dicke der Aluminiumschicht betrug etwa 55 bis 60 nm.

Messung des Entformungsdruckes

Die Messung des Entformungsdruckes erfolgte auf einer Spritzguss-Maschine des Typs Krauss-Maffei KM60/210A. Die Masstemperatur betrug 260 °C. Dabei wurde eine Hülse mit einem Innendurchmesser von 35 mm, einer Höhe von 35 mm und linearer Zunahme der Wanddicke vom Anschnitt zum Boden hin (2 mm auf 3,5 mm) gefertigt. Der Kern hatte einen über der Höhe gleichbleibenden Durchmesser, wies also keine Entformungsschrägen auf. Der

Forminnendruck konnte über einen in der Kavität eingebauten Druckaufnehmer aufgezeichnet werden und betrug im Maximalwert 400 bar. Nach Ablauf der Kühlzeit von 20 s wurde das Werkzeug geöffnet und der Spritzling über eine hydraulisch betätigte Abstreifplatte entformt. Der hierbei im Hydraulikzylinder auftretende Druckverlauf wurde aufgezeichnet. Zur Bestimmung eines Messwertes für den Entformungsdruck wurden 30 Einzelwerte aufgezeichnet, aus denen ein arithmetischer Mittelwert gebildet wurde. Als Entformungsdruck wurde das Maximum der Kurve bis zu dem Zeitpunkt, an dem ein induktiver Weggeber überfahren wird, definiert. Dieser Weggeber wurde kurz vor dem maximalen Auswerferhub erreicht. Nach dem Maximalwert fiel der Druck wieder ab, was den Übergang vom Haften zum Gleiten verdeutlichte. Gleichzeitig wurde mittels eines Thermoelements, das im Kern angebracht ist, die zu diesem Zeitpunkt vorliegende Kernoberflächentemperatur erfasst. Diese betrug 80 °C. Die zur Entformung benötigte Kraft ist proportional zum auf diese Weise gemessenen Entformungsdruck und erlaubt so einen Vergleich unterschiedlicher Formmassen hinsichtlich ihrer Neigung, an der Formoberfläche zu haften.

15

Haftungsmessung der Al-Beschichtung

Die Überprüfung der Haftung der Al-Beschichtung erfolgte gemäß nachstehender Verfahrensweise. Eine beschichtete Platte wurde in der Plattenmitte auf ca. 5 cm Länge parallel zur längsten Kante mit einem Skalpell eingeritzt, so dass die Al-Schicht durchtrennt wurde. Die Platte wurde dann auf eine feststehende Unterlage gelegt. Anschließend wurde der Schnitt parallel zu seinem Verlauf mit einem Tesa-Film der Breite 2 cm überklebt, so dass rechts und links des Schnittes gleich große Flächen abgedeckt waren. Dabei wurde der Film mit dem Finger blasenfrei angedrückt. Ein ausreichender Überstand des Tesabandes wurde zum Greifen des Films für die nachfolgende Prüfung stehen gelassen. Die Klebkraft des Films betrug ca. 2 N/cm (Breite). Anschließend wurde der Film von Hand in Richtung der Ritzspur mit einer Geschwindigkeit von ca. 30 cm/s senkrecht zur Fläche abgezogen, während die andere Hand die Probe auf der Unterlage hielt. Zur Beurteilung der Haftung wurde diejenige Fläche betrachtet, die längs des Schnittes überklebt war. Dazu wurde visuell derjenige Flächenanteil abgeschätzt, auf dem eine Ablösung der Beschichtung erfolgt war. Zum Bestehen der Prüfung durfte keine Ablösung auftreten.

30

Beurteilung der Oberflächengüte

Die Beurteilung der Oberflächengüte an metallisierten Platten erfolgte gemäß visueller Begutachtung anhand von Vergleichsmustern. In die Begutachtung flossen optische Oberflächenfehler wie zum Beispiel Trübungen, Beläge, Regenbogeneffekte ein.

5

Folgende Noten wurden vergeben:

Note 1: keine erkennbaren Oberflächenfehler

Note 2: schwache Oberflächenfehler

10

Note 3: deutliche Oberflächenfehler

Note 4: starke Oberflächenfehler

Zum Bestehen der Prüfung war eine Einstufung der Note 2 erforderlich.

15

Die Ergebnisse sind in der Tabelle 1 wiedergegeben.

Tabelle 1: Beispiele 1 bis 4 sowie Vergleichsbeispiele A bis C

Rezeptur	Beispiel bzw. Vergleichsbeispiel	1	2	3	4	A*)	B*)	C*)
Polyester A		99,65	97,6		99			
Polyester B				99,7		99	99	100
Sabic LD 2308AN00						1		
Elvaloy 2715 AC							1	
Tegomer H-SI 6440		0,35	2,4	0,3				
Tegomer PP-Si 401					1			
Entformungsdruck (bar)		56	17	52	19	82	59	101
Haftung der Metallisierung (Testate3st nach Ritzen; % Ablösung)		0	0	0	0	15	5	0
Oberflächengüte gem. visueller Beurteilung (Note)		1 – 2	2	1 – 2	1 – 2	3	2 – 3	1

*) entspricht EP-A-1 298 172

Patentansprüche:

1. Verwendung einer Formmasse, die folgende Komponenten enthält:

- 5 I. 50 bis 99,98 Gew.-Teile thermoplastischer Polyester,
 II. 0,02 bis 5 Gew.-Teile eines Copolymeren, das Polysiloxanblöcke und Polyesterblöcke enthält,
 III. 0 bis 49,98 Gew.-Teile weiterer Zusätze, ausgewählt aus weiteren Polymeren, Füllstoffen und Pigmenten, Antistatika, Verstärkungsstoffen und Stabilisatoren,

10

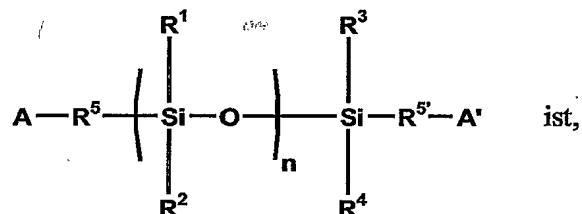
wobei die Summe aller Gewichtsteile 100 ergibt,
 zur Herstellung metallisierter Formteile.

2. Verwendung gemäß Anspruch 1,

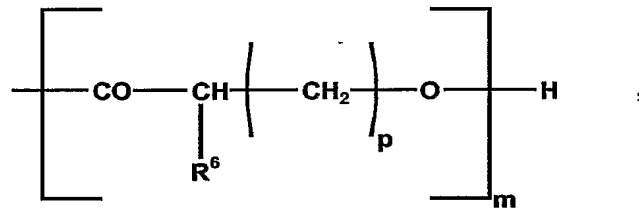
15

dadurch gekennzeichnet,

dass das Copolymere ein Polysiloxan-Polylacton-Blockcopolymer der Formel



- 20 wobei n eine ganze Zahl von 1 bis etwa 200 ist; R¹, R², R³ und R⁴ sind, unabhängig voneinander, ein linearer oder verzweigter Alkylrest mit 1 bis 6 C-Atomen;
 A und A' sind, unabhängig voneinander, Einheiten der Formel



wobei p eine ganze Zahl von 0 bis 6 ist; m ist eine ganze Zahl von 1 bis 250;

R⁶ ist Wasserstoff oder eine lineare oder verzweigte Alkylgruppe mit 1 bis 6 C-Atomen;

5 R⁵ ist ausgewählt aus $-(\text{CH}_2)_q-\text{O}-$, $-(\text{CH}_2)_q-\text{NH}-$,
 $-(\text{CH}_2)_t-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_v-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ und
 $-(\text{CH}_2)_t-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_v-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-$,

10 R^{5'} ist ausgewählt aus $-\text{O}-(\text{CH}_2)_q-$, $-\text{NH}-(\text{CH}_2)_q-$,
 $-\text{OCH}_2\text{CH}_2-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_v-\text{O}-(\text{CH}_2)_t-$ und
 $-\text{HNCH}_2\text{CH}_2-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_v-\text{O}-(\text{CH}_2)_t-$,

hierbei ist q eine ganze Zahl von 1 bis 20,

t eine ganze Zahl von 1 bis 6 und

15 v eine ganze Zahl von 1 bis 100.

3. Verwendung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet,

20 dass der thermoplastische Polyester ausgewählt ist aus der Gruppe
Polyethylenterephthalat, Polypropylenterephthalat, Polybutylenterephthalat, Polyethylen-
2.6-naphthalat, Polypropylen-2.6-naphthalat und Polybutylen-2.6-naphthalat.

4. Metallisiertes Formteil, hergestellt aus der Formmasse gemäß einem der vorhergehenden
Ansprüche.

25

5. Metallisiertes Formteil gemäß Anspruch 4,
dadurch gekennzeichnet,

dass es ein Teil eines Beleuchtungskörpers, ein Zierelement, ein Spiegel oder Reflektor eines optischen Apparats oder Messgeräts oder ein Teil einer Einrichtung zur Übermittlung von optischen Signalen ist.